#### 世界知的所有権機関 際 事 務 協力条約に基づいて公開された国際出願



# (51) 国際特許分類6 C04B 35/583, B23B 27/14, B23C 5/16

(11) 国際公開番号

WO99/61391

(43) 国際公開日

1999年12月2日(02.12.99)

(21) 国際出願番号

PCT/JP99/02655

A1

(22) 国際出願日

1999年5月20日(20.05.99)

(30) 優先権データ

特願平10/141366 特願平10/143606

1998年5月22日(22.05.98) JР JР

1998年5月26日(26.05.98)

(71) 出願人(米国を除くすべての指定国について) 住友電気工業株式会社

(SUMITOMO ELECTRIC INDUSTRIES, LTD.)[JP/JP] 〒554-0041 大阪府大阪市中央区北浜四丁目5番33号

(72) 発明者;および

角谷 均(SUMIYA, Hitoshi)[JP/JP]

上坂伸哉(UESAKA, Shinya)[JP/JP]

〒664-0016 兵庫県伊丹市昆陽北一丁目1番1号 住友電気工業株式会社 伊丹製作所内 Hyogo, (JP)

(75) 発明者/出願人(米国についてのみ)

(74) 代理人

萩原亮一, 外(HAGIWARA, Ryoichi et al.) 〒105-0001 東京都港区虎ノ門一丁目16番2号

虎ノ門千代田ビル Tokyo, (JP)

(81) 指定国 KR, US, 欧州特許 (AT, BE, CH, CY, DE, DK, ES, FI, FR, GB, GR, IE, IT, LU, MC, NL, PT, SE)

添付公開書類

国際調査報告書

CUBIC SYSTEM BORON NITRIDE SINTERED BODY CUTTING TOOL (54)Title:

(54)発明の名称 立方晶窒化ホウ素焼結体切削工具

#### (57) Abstract

A high-hardness, high-strength, heat-resisting cutting tool consisting of a cBN sintered body of fine particles of not larger than 1 µm and not containing a binder; specifically a milling or precision cutting tool characterized in that the cutting tool uses as its cutting edge a cubic system boron nitride sintered body consisting of cubic system boron nitride of an average particle size of 1 µm or smaller, has a ratio I (220)/I (111) of a (220) diffraction strength (I (220)) of an arbitrary-direction X-ray diffraction line to a (111) diffraction strength (I (111)) of the cubic system boron nitride sintered body at the cutting edge of 0.05 or larger and does not substantially contain impurities in its grain boundary.

,... t

バインタを含まず  $1 \mu$  m以下の微粒の c B N焼結体からなる、高硬度、高強度、耐熱性に優れた切削用工具を提供することを目的とし、その特徴とするところは、平均粒径が  $1 \mu$  m以下の立方晶窒化ホウ素からなる立方晶窒化ホウ素焼結体を刃先としたフライス用又は精密切削用切削工具であって、前記刃先部の立方晶窒化ホウ素焼結体の、任意の方向のX線回折線の(220)回折強度( $I_{(220)}$ )と(111)回折強度( $I_{(111)}$ )との比 $I_{(220)}$ / $I_{(111)}$ が、0.05以上であり、その粒界に介在物を実質的に含まない切削工具にある。

PCTに基づいて公開される国際出願のパンフレット第一頁に掲載されたPCT加盟国を同定するために使用されるコード(参考情報)

アラブ首長国連邦 アルバニア オーストリア オーストラリア オーストラリア アゼルバインシェゴビナ バルバドス ベルギナ・ファソ ブルガリア ドミニカ アニトインラン フラブン ガガ パックペラン セントルシア リヒテンシュタイン スリ・ランカ リベリア EEFFGGGGGGGGHH-I-I-IJKKK SD SE SG リレリルラモモモッリトアセグットクトロナルダア ニアンイコ ヴッコドガア アカルダスカー アカルダスカー ガ英ググガガギギギクハイ ボ国レルーンニニリロンン ゲア ア ・マチリコンン ダア ア ・マチリネン SLSNSTD セネガル スワジランド LV MA MC MD スリンフト チャゴー トーゴー タジキスタン タンザニア マダガスカル マ<u>ケド</u>ニア旧ユーゴスラヴィア MG MK テンリニア トルクメニスタン トルコ TM TTTUUUS VY Z Z W ハイアイイアイ日ケキ北韓リネラエ ラア スリネラエ ラア スリーシンル シア スリーアギ鮮 アギ ド トリニダッド・トバゴ ウクライナ ウガンダ MN MR MW MX NE NO リガンタ 米国 ウズベキスタン ヴィェトナム ユーゴースラビア 中国コスタ・リカ 南アフリカ共和国ジンバブエ ポルトガルルーマニア

j

Ç

WO 99/61391 PCT/JP99/02655

1

# 明細書

立方晶窒化ホウ素焼結体切削工具

# 技術分野

本発明は、特に鋳鉄や鋼を被削材とする正面フライスやエンドミル等の長寿命で高速切削に適したフライス用切削工具および、鉄系材料の精密切削加工に適した切削工具とその製造方法に関する。

#### 背景技術

自動車のエンジンや駆動部、あるいは電気製品に用いられる部品を製造するに際して、その部品の材料である鋳鉄や鋼を切削するための正面フライス用カッタ若しくはエンドミルには、従来からハイス工具、超硬合金工具、コーティング工具、セラミック工具、あるいは立方晶窒化ホウ素焼結体工具(以下「cBN工具」という)などが使用されている。

鋳鉄を切削するための正面フライス用カッタとしての超硬合金工具やコーティング工具での切削速度は、150~250m/minであって、セラミック工具での実用的に用いられている切削速度は400m/min程度である。これに対し、特開平8-141822号公報において提案されているように、耐摩耗性に優れ、そのため高速切削が可能であることのである。まれにするのでは、乾式にて500~1500m/minの切削速度が可能である。しかし、乾式切削時に発生する熱により被切削物が変形、ひずみ等の影響を著しく受ける場合、または熱によるわずかな変形も問題となるような部品の場合は、切削液を用いる湿式にて熱による変形が発生しない程度で、かつ、CBN工具の刃先に熱亀裂が発生しない程度まで切削速度を低くして切削する必要があった。すなわち、湿式ではりまで切削速度を低くして切削する必要があった。すなわち、湿式で切削速度を低くして切削する必要があった。すなわち、湿式で切削速度500~700m/minが実用的に用いられている範囲であり、これ以上の切削速度では切れ刃に熱亀裂が発生し工具寿命は著しく低下する。これは、切削液を用いない乾式においては、熱サイクルの温度

差が小さく、CBN工具の刃先部が熱衝撃に耐えることができるのに対して、湿式で高速切削をする場合、被切削物と接触時に非常に高温になった切れ刃が空転時に急冷されるため、切れ刃に付与される熱サイクルによって熱亀裂が発生することに起因している。

また、鋼を切削するための正面フライス用カッタとしての超硬合金工具、コーティング工具での実用的に用いられている切削速度は50~200m/min程度である。それ以上の高速では切れ刃の摩耗の急激な進行や欠損により工具寿命は著しく低下する。cBN工具では超硬合金工具と同等の切削速度における切削は可能であるが、超硬合金工具と同等の工具寿命であり、それ以上の高速切削では、切れ刃温度の上昇に伴う焼結体の強度低下による欠損や、切れ刃に熱亀裂が発生し工具寿命は著しく低下するために、鋼を切削する正面フライス用カッタとして実用的にcBN工具は用いられていない。

鋳鉄を切削するためのエンドミルにおける超硬合金工具、コーティング工具では、実用的には30~150m/min程度の切削速度が採用されている。これに対し、cBN工具では、乾式にて100~1500m/minの切削速度が可能である。しかし、湿式では切削速度100~300m/minが実用的に用いられるものであり、正面フライス用カッタの場合と同様にこれ以上の切削速度では切れ刃に熱亀裂が発生し、工具寿命は著しく低下する。

また、鋼を切削するためのエンドミルにおける超硬合金工具、コーティング工具では、実用的には、30~100m/min程度の切削速度が採用されている。なお、正面フライス用カッタの場合と同様に、比較的切削速度が低い条件では超硬合金工具と同等の工具寿命しか得られず、切削速度が高速では切れ刃温度の上昇に伴う焼結体の強度低下による欠損や、切れ刃に熱亀裂が発生し工具寿命が著しく低下するために、鋼を切削するためのエンドミルとして実用的にcBN工具は用いられていない。

以上のような条件下における c B N 工具の寿命の低下は次の理由による。従来の c B N 焼結体は c B N 粉末粒子を、T i N、T i C、C o 等のパインダーを用いて超高圧下で焼結されたもので10~60体積%程度のパインダを含んでいる。このために、c B N 焼結体の熱伝導率が200 W / m・K 未満で、また20℃から600℃の範囲における熱膨張係数が4.0×10-6/K以上であり、上記鋳鉄の湿式における切削あるいは鋼切削時の熱サイクルの温度差に対しては、熱伝導率が低いために刃先近傍に大きな温度勾配が生じ、冷却時に切れ刃に高い引っ張りに刀が生じることに加えて、熱膨張係数が高いために大きな膨張、収縮量を繰り返すため熱亀裂が容易に発生することに起因すると考えられている。さらに、室温における曲げ強度である抗折力が80kgf/mm²以上であっても、800℃以上の温度では急激にその抗折力が低下することに起因すると考えられる。

従って、この対策のためには、刃先にバインダーを含まず、高い熱伝 導率と低い熱膨張係数を有し、高温下でも強度の低下しない工具が必要 である。

一方、近年、各種の成形金型や摺動部品など、高硬度鉄系材料の高精度な仕上げ切削加工の要求が高まっている。この鉄系材料の精密加工として単結晶ダイヤモンド、および単結晶立方晶窒化ホウ素が検討されてきた。

しかし、単結晶ダイヤモンドで鉄系材料を切削する場合、切削熱によりダイヤモンドと鉄の化学反応がおこり、ダイヤモンド工具が急速に摩耗するという問題があり、鋼などの金型の直接加工は不可能である。そのため、たとえばレンズ金型の精密加工においては無電解ニッケルメッキ層を施して、そのメッキ層を精密に仕上げる方法がとられているが、金型の強度が不十分で、プロセスが複雑などの問題があった。また、特殊雰囲気による化学反応抑制法などで、直接加工の検討が行われているが実用的でない。

立方晶窒化ホウ素(CBN)は、ダイヤモンドに次ぐ硬度を有し、熱的化学的安定性の高い物質で、鉄系金属との反応性が低い。しかしながら、現在、切削工具として用いられているCBN焼結体は、前述の様にCBNの粉末粒子を、TiN、TiC、Coなどのバインダーを用いて超高圧下で焼結されたもので、焼結体には10~60体積%程度のバインダーが含まれる。このため、刃先加工時に微小な刃こぼれを生じやすく、刃先を刃こぼれなくシャープに仕上げることは非常に難しく、精密切削工具としての使用は困難であった。この対策のためには、刃先に単結晶もしくはバインダーを含まない工具が必要である。CBNの単結晶を作製して、鋼の超精密加工用切削工具とする試みがなされたが、不純物や欠陥の少ない大型CBN単結晶の合成が非常に困難であり、また、CBN単結晶は多くのへき開面を有するために強度が低く、耐摩耗性が十分でなかった。このため、CBN単結晶が精密切削用工具に実用化されることはなかった。

以上より、鋳鉄や鋼を高速フライス加工する切削工具と、鉄系材料の精密切削加工に適する切削工具は、いずれもバインダーを含まないcBN焼結体工具によって実現することが可能であると考えられる。

また、バインダーを含まない c B N焼結体として、ホウ窒化マグネシウムなどの触媒を用いて六方晶窒化ホウ素(以下、h B N)を原料として、反応焼結させた焼結体がある。この焼結体はバインダーがなく c B N粒子が強く結合しているため熱伝導率が600~700W/m・Kと高く、ヒートシンク材やTABボンディングツールなどに用いられている。しかし、この焼結体の中には触媒がいくらか残留しているため、熱を加えるとこの触媒と c B N との熱膨張差による微細クラックが入りやすい。このため、その耐熱温度は700℃程度と低く、切削工具としては大きな問題となる。また、粒径が10μm前後と大きいため、熱伝導率が高いものの、強度が十分でなく、切削工具としては適用出来なかった。

一方、cBNは、hBNなどの常圧型BNを超高圧高温下で、無触媒で合成(直接変換)することが可能である。この $hBN \rightarrow cBN$ 直接変換と同時に焼結させることで、バインダーを含まないcBN焼結体を作製できることが知られている。

たとえば、特開昭47-34099号や特開平3-159964号各公報にhBNを超高圧高温下でcBNに変換させ、cBN焼結体を得る方法が示されている。また、特公昭63-394号公報や、特開平8-47801号公報には熱分解窒化ホウ素(以下、pBN)を原料にして、cBN焼結体を作製する方法が示されている。しかし、これらのcBN焼結体は、超高圧下で圧縮された圧縮hBN結晶粒子がcBN焼結体に残留しやすいこと、配向(異方)性が強くて層状亀裂や剥離の問題が生じ易いなどの問題がある。

そのほか、直接変換により c B N を得る方法として、例えば、特公昭 49-27 518号公報に、一次粒子の平均粒径が3μm以下の六方晶系室化ホウ素を原料とする方法が示されている。しかし、六方晶窒化ホウ素が微粉であるため、数%の酸化ホウ素不純物や吸着ガスを含み、そのため焼結が十分に進行せず、また、酸化物を焼結体内に多く含むため、高硬度、高強度で耐熱性に優れた焼結体が得られず、切削工具に用いることができない。

バインダーを含む従来のCBN焼結体は、熱伝導率が低く熱膨張係数が大きいなめに、激しい熱サイクルの負荷により熱亀裂が生じ易く、さらに高温で強度が低下するために鋳鉄の湿式条件での切削や鋼の高速フライス切削ができない。また、鋭利な刃先が得られず、刃先の強度や耐摩耗性が十分でなく、鉄系材料の精密切削加工も不可能である。CBN単結晶は、不純物や欠陥の少ない大型CBN単結晶の合成が非常に困難であり、また、CBN単結晶は強度が低く、耐摩耗性が十分でない。 CBNは(110)面や(111)面によるへき開により、刃先の欠損や、マイクロチッピングによる摩耗が進行すると考えられる。

直接変換により、構成粒子が微細で粒子同士の結合が十分な、バインダーを含まない c B N 単相の焼結体が得られれば、高い熱伝導率と小さい熱膨張係数を有し、高温下でも抗折力が低下しないために、熱亀裂による欠損を抑制でき、鋳鉄の湿式高速フライス切削や鋼の高速フライス切削が可能になると考えられる。さらに c B N の微粒化によって鋭利な刃先形成が可能で、かつ、へき開による刃先欠損や摩耗が改善でき、鉄系材料の精密切削加工が可能と考えられる。

しかし、従来のバインダーを含まない CBN焼結体は、先に述べたように、粒径が数μmと大きく、さらに粒界に、触媒や圧縮 hBN、酸化物など介在するため、抗折力が低く、さらに耐熱温度も低いため、工具の刃先が高温状態になるフライス切削に必要な刃先強度が得られず、精密切削用工具に必要な鋭利な刃先も得られない。また、従来の直接変換法では、原料の hBNが配向しやすく、その結果(111)方向に配向した焼結体となりやすい。もともと配向性の高い pBNを原料に用いると、hBNを原料にしたときよりも更に(111)配向した cBN焼結体となる。この配向性のため、切削工具として使用した場合、層状亀裂、剥離などの不具合が生じるという問題があった。等方的でかつ微粒でしかも切削用途に適用できるような粒子間結合の強い cBN単相の焼結体は従来知られていなかった。

従って、従来のCBN工具においては鋳鉄切削を湿式で行う場合、乾式での切削と同程度に切削速度を速くすることは、正面フライスおよびエンドミルのいずれにおいても、工具寿命を低下させて、結果的にコストが上昇する。

また、鋼のフライス切削に c B N工具を用いて切削速度を速くすることは工具寿命を低下させるだけであり、一般的な超硬合金工具の加工速度でも、超硬合金工具と同等寿命であるために高価である c B N工具を使用することは切削加工時のコストが上昇するため好ましくない。

しかしながら、近年においては高速回転が可能な機械加工設備が次々

に開発され、加工能率を向上させて、コストを低減させるためには、高速切削は必要不可欠であり、この様な機械加工設備において、鋳鉄部品切削時の切削温度の上昇による被切削物への影響を抑制するために、湿式切削に対応可能で、かつ、鋼切削の高速化を可能とする切れ刃工具を提供することが要望されてきている。

本発明者らは、 c B N工具、特に正面フライスカッタ若しくはエンドミルのようなフライス用切削工具及び精密切削用工具における上記のような従来技術の種々の問題点を解消するため鋭意努力した結果本発明に到達したもので、その第一の目的は、バインダーを含まず、1 μ m以下の c B Nからなり、粒界に介在物を含まず、かつ組織が等方的であるため、高い熱伝導率と小さい熱膨張係数を有し、強度、耐摩耗性に優れたフライス用切削工具を提供することにあり、湿式で鋳鉄を切削するための正面フライスで、切削速度800m/min以上、好ましくは1000m/min以上の高速切削と、エンドミルにおける湿式での切削速度300m/min以上、好ましくは500m/min以上の高速切削するための正面フライスで切削速度200m/min以上、同じく鋼を乾式並びに湿式で切削するためのエンドミルで切削速度150m/min以上において、充分な工具寿命を達成することを可能とするものである。

第二の目的は、バインダーを含まず $0.5\mu$ m以下の微粒のcBNからなり、粒界に介在物を含まず、かつ組織が等方的であるため刃先が極めて鋭利で、強度、耐摩耗性に優れた精密切削工具を提供することにある。

### 発明の開示

本発明は、下記に要約したとおりの各発明とその具体的態様によって構成される。

(1) 平均粒径が1μm以下、特に0.5μm以下の立方晶窒化ホウ素

A THE STATE OF THE

からなる立方晶窒化ホウ素焼結体を刃先とした切削工具であって、前記刃先部の立方晶窒化ホウ素焼結体の、任意の方向のX線回折線の(22〇) 回折強度(I (1220) )と(111)回折強度(I (111) )との比I (220) / I (111) が0.05以上、特に0.1以上であり、その粒界に介在物を実質的に含まない切削工具。

- (2) 前記刃先部の立方晶窒化ホウ素焼結体の熱伝導率が、250~1 000W/m・Kであることを特徴とする上記(1)に記載の切削工具。
- (3) 20℃から1000℃の間の温度で、3点曲げ測定における前記立方晶窒化ホウ素焼結体の抗折力が80kgf/mm²以上である上記(1)又は(2)に記載の切削工具。
- (4) 前記刃先部の立方晶窒化ホウ素焼結体の室温での硬度が4000 kgf/mm²以上であることを特徴とする上記(1)~(3)のいずれかに記載の切削工具。
- (5) 前記刃先部の立方晶窒化ホウ素焼結体の熱伝導率が300~10 00W/m・Kである上記(1)~(4)のいずれかに記載のフライス 用切削工具。
- (6)前記刃先部の立方晶窒化ホウ素焼結体の20  $\mathbb{C}$ から600  $\mathbb{C}$  の温度の範囲における熱膨張係数が $3.0 \sim 4.0 \times 10^{-6}$  / Kの範囲にある上記(1) $\sim$ (5)のいずれかに記載のフライス切削用工具。
- (7) 鋳鉄若しくは鋼の高速切削用正面フライス用カッタ若しくはエンドミルに用いられることを特徴とする上記(1) ~ (6) のいずれかに記載のフライス用切削工具。
- (8) 前記刃先部の立方晶窒化ホウ素焼結体が平均粒径0.5μm以下の立方晶窒化ホウ素からなる上記(1)~(4) のいずれかに記載の精密切削用工具。
- (9) ホウ素と酸素を含む化合物を炭素と窒素の存在下で還元窒化して 低圧相窒化ホウ素を合成して得られた低圧相窒化ホウ素を出発物質とし

て高温高圧下で立方晶窒化ホウ素に直接変換させると同時に焼結することを特徴とする平均粒径が1μm以下、特に0.5μm以下の立方晶窒化ホウ素からなる切削工具用焼結体の製造方法。

(10)直接変換と焼結を圧力6GPa以上、温度1550~2100 で行う上記(9)に記載の切削工具用焼結体の製造方法。

# 発明を実施するための最良の形態

上記のとおり、本発明の切削工具を構成するcBN焼結体は、バインダーを含まず、 $1\mu$ m以下のcBNからなり、粒界に介在物を含まず、かつ、組織が等方的であるため、高い熱伝導率と低い熱膨張係数を有し、強度、耐摩耗性に優れた高速加工用フライス用切削工具として十分に使用することができる。また、cBNを $0.5\mu$ m以下の微粒にすることにより、刃先が極めて鋭利で、かつ強度、耐摩耗性に優れた工具が得られ、精密切削加工用途に十分使用することができる。

本発明の切削工具の c B N 焼結体は、吸着ガスや酸化ホウ素を含まない低結晶性あるいは、微粒の常圧型 B N を出発物質とし、これを高圧高温下で c B N に直接変換焼結することにより得られる。ここで用いる、低結晶性あるいは、微粒の常圧型 B N は、酸化ホウ素やホウ酸を炭素である。通常、常圧型 B N の合成方法として、酸化ホウ素やホウ酸をアンモニアと反応させる B N の合成方法として、酸化ホウ素やホウ酸をアンモニアと反応された B N は、高温で熱処理すると h B N へ結晶化する。このため、この方法により微細で低結晶性の常圧型 B N を合成しても、不純物の酸化ホウ素を除去するための高温精製処理(窒素ガス中2050℃以上、真空中1650℃以上など)を行うと、 h B N に結晶化、粒成長してしまう。こので以上など、酸化ホウ素やホウ酸を炭素で還元窒化させた常圧型 B N はに対し、酸化ホウ素やホウ酸を炭素で還元窒化させた常圧型 B N に対し、酸化ホウ素やホウ酸を炭素でプロンで、この方法で微粒で低結晶性の常圧型 B N を合成し、窒素ガス中2050℃以上または

真空中1650℃以上などの高純度精製処理を行うことで、酸化ホウ素や吸着ガスのない直接変換焼結に非常に適した常圧型BNが得られる。 上記の還元窒化は窒素と加熱源として炭素を用いて、行うことができる。

本発明によれば、出発物質は微粒で低結晶な常圧型BNであり、しかもcBN変換を阻害する酸化ホウ素を含まないため、従来の直接変換法でよくみられた圧縮hBNの残留がなく、直接変換後のcBNが粒成長したり、一軸配向することが少ない。その結果、微細な粒子からなる等方的な焼結体となる。さらに、cBN粒子同士の焼結を阻害する酸化ホウ素や、吸着ガスがないため粒子間の結合強度の強い焼結体が得られる

上記した直接変換焼結の条件は、圧力6GPa以上、温度1550~ 2100℃が好ましい。特に焼結温度が重要で、低いとcBNへの変換が十分でなく、高すぎるとcBNの粒成長が進行し、cBN同士の結合力が小さくなる。cBNの粒成長の起こらない焼結温度は、出発原料の結晶性、粒径により変化する。 上記の適切な焼結温度範囲で焼結したcBN焼結体は、平均粒径1. $0\mu$ m以下、好ましくは $0.5\mu$ m以下のcBNからなる緻密な組織を有し、粒界に介在物を含まず、かつ組織が等方的であるという特徴をもつ。

ここで、CBN粒径のコントロールは直接変換焼結時の温度で行う。すなわち、 $1.0\mu$ m以下の微粒状態をコントロールするために、出発原料として微粒で低結晶性の常圧型のBNを用いそして低温域で直接変換焼結する必要がある。通常のhBNやpBNでは2100 C以上にしなけれはcBNに変換しないので $1.0\mu$ m以下にコントロールできない。

こうして得られた c B N 焼結体をフライス用切削工具あるいは精密切削工具用の素材とすることで、高い熱伝導率と低い熱膨張係数を有する強度の高い刃先が得られ、従来困難であった高速のフライス加工が可能

WO 99/61391 PCT/JP99/02655

1 1

となり、かつ極めて鋭利で、強度の高い刃先が得ることにより、従来困 難であった精密切削も可能となる。

この発明の切削用工具は、刃先部が低圧相窒化ホウ素を高圧高温下で直接変換させると同時に焼結させて得られる、平均粒径が1.0μm以下の立方晶窒化ホウ素(c BN)からなる焼結体であって、このc BN 焼結体の、任意の方向のX線回折線の(2 2 0)回折強度( $I_{(220)}$ )と(1 1 1)回折強度( $I_{(111)}$ )との比 $I_{(220)}$  /  $I_{(111)}$  が、0 0 5 以上、特に 0 . 1 以上であり、その粒界に介在物を実質的に含まないものである。ここで、c BNの平均粒径が 1  $\mu$  mを越えるとフライス切削に必要な刃先強度が得られない。また、c BNの平均粒径が 0 . 5  $\mu$  mを越えると、精密切削加工に十分鋭利な刃先が得られず、強度も不十分となる。また、X 線の回折強度比 $I_{(220)}$  /  $I_{(111)}$  が 0 . 0 5 未満であれば、c BN焼結体は〈1 1 1 〉方向への配向が強く、異方的であるため、層状亀裂や剥離が生じやすくなる。

また、刃先部のcBN焼結体の抗折力が $80kgf/mm^2$ 以上で、高温下でも強度が低下しないものであることが好ましい。 $80kgf/mm^2$ 来満、または高温下で強度が低下するものであると、十分な強度の刃先が得られず、切削中に欠損が起こりやすくなる。また、刃先部のcBN焼結体の硬度が $4000kgf/mm^2$ 以上であることが好ましい。 $4000kgf/mm^2$ 未満では、切削中の摩耗が大きくなり、フライス加工においては寿命が低下し、また精密な切削加工ができなくなる。

また、刃先部の c B N 焼結体の熱伝導率が 2 5 0 W / m・K以上で、 熱膨張係数が 4.0×10-6/K以下であることが好ましい。 2 5 0 W / m・K より低い熱伝導率では切削時に刃先近傍に大きな温度勾配が生 じ、冷却時に刃先に高い引っ張り応力が生じること、また、 4.0×1 0-6/K より大きい熱膨張係数では切削中の熱サイクルによって刃先が 膨張収縮を繰り返すことにより、刃先に熱亀裂が生じ、工具寿命を著し WO 99/61391 PCT/JP99/02655

1 2

く低下させる。

以上述べたように、本発明の切削工具のCBN焼結体は、バインダーを含まず、粒界に介在物を含まず、かつ、組織が等方的であるため、高い熱伝導率、小さい熱膨張係数を有し、耐熱亀裂特性に優れた、高強度な刃先が得られ、高速フライス切削が可能となる。このため、鋳鉄の湿式条件や鋼の高速フライス切削工具に用いた場合、従来工具に見られない長寿命を示す。さらに、微粒のCBNにすることにより、精密加工が可能な、鋭利な刃先が得られ、かつ強度、耐摩耗性に優れる。このため、鉄系材料の精密加工用切削工具に用いた場合に、従来の焼結体に見られない優れた性能を示す。

以下実施例により、本発明を更に詳細に説明するがこれにより本発明 が限定されるものではない。

# 実施例

本発明の製造方法に基づき調製したフライス用切削工具と精密切削用工具の切削試験の結果について説明する。

### (実施例1)

まず、刃先を構成するcBN焼結体の具体的な製造方法を以下に示す

酸化ホウ素( $B_2$   $O_3$  )とメラミン( $C_3$   $N_6$   $H_6$  )をモル比で3: 1 で配合し、乳鉢で均一に混合した。これを、管状炉で、窒素ガス雰囲気中、合成温度850℃で2時間処理した。得られた粉末をエタノールで洗浄して未反応の $B_2$   $O_3$  を除去し、さらに、高周波炉で、窒素ガス中、2100℃で2時間処理した。得られた窒化ホウ素粉末の酸素含有量を、ガス分析で測定すると0.75重量%であった。窒素ガス中、2100℃の熱処理で $B_2$   $O_3$  や吸着ガスは完全に除去されているため、この酸素はh B N に固溶した不純物と思われる。

こうして得られた窒化ホウ素のX線回折図形は、hBNの(102) 回折線がなく、hBNの(002)回折線が非常にブロードで、結晶性 合成された低結晶性常圧型BN成形体をMoカプセルに入れ、ベルト 型超高圧発生装置で6. 5GPa、1800℃で15分処理した。得ら れた焼結体はX線回折の結果、cBNのみからなることが判明した。ま た、このcBN焼結体のX線回折におけるcBNの(220)回折強度 のcBN(111)回折強度に対する比率は0.22で、配向の少ない 等方性の焼結体であることがわかった。また、このcBN焼結体の微細 構造を透過電子顕微鏡で観察したところ、cBN粒子の大きさは0.3 μm以下と微細で、粒子同士が結合した緻密な組織であることがわかっ た。この硬度をマイクロヌープ圧子で測定したところ、5000kgf /mm² と高硬度であった。また、この焼結体を6×3×1mmの直方 体に加工後、表面を鏡面研磨し、スパン間隔4mmの条件で抗折力を測 定すると、室温で110kgf/mm²、1000℃では120kgf /mm² と高強度であった。また、真空炉を用いた真空中での高温処理 後の硬度変化で、耐熱性を評価したところ、1300℃まで安定で、耐 熱性に優れていることがわかった。また、焼結体を5×4×1mmの直 方体に加工後、定常法を用いて50~60℃における熱伝導率を測定し たところ、290W╱m・Kで、20℃から600℃の温度範囲におけ る熱膨張係数を測定したところ、 $3.7 \times 10^{-6} / K$ であった。

# (実施例2)

実施例1と同じ低結晶性常圧型BN成形体をMoカプセルに入れ、ベルト型超高圧発生装置で6.5GPa、1880℃で15分処理した。得られたcBN焼結体はX線回折におけるcBNの(220)回折強度のcBN(111)回折強度に対する比率は0.12であり、また、このcBN焼結体の微細構造を透過電子顕微鏡で観察したところ、cBN

WO 99/61391 PCT/JP99/02655

1 4

粒子の大きさは $0.5\mu$ m以下と微細で、粒子同士が結合した緻密な組織であることがわかった。この硬度をマイクロヌープ圧子で測定したところ、5000kgf/mm² と高硬度であった。また、この焼結体の抗折力は、室温で105kgf/mm² と高強度であった。また、 $50\sim60$  における熱伝導率は340 W/m·Kで、20  $\sim60$   $\sim60$  における熱影張係数を測定したところ、 $3.6\times10^{-6}$  / Kであった。

# (実施例3)

実施例1と同じ低結晶性常圧型BN成形体をMoカプセルに入れ、ベルト型超高圧発生装置で6.5GPa、1950℃で15分処理した。得られたcBN焼結体はX線回折におけるcBNの(220)回折強度のcBN(111)回折強度に対する比率は0.08であり、また、このcBN焼結体の微細構造を透過電子顕微鏡で観察したところ、cBN粒子の大きさは0.5~1 $\mu$ mで、粒子同士が結合した緻密な組織であることがわかった。この硬度をマイクロヌープ圧子で測定したところ、5050kgf/mm²と高硬度であった。また、この焼結体の抗折力は、室温で92kgf/mm²であった。また、50~60℃における熱伝導率は380W/m・Kで、20℃~600℃の温度範囲における熱膨張係数を測定したところ、3.5×10-6/Kであった。

## (実施例4)

実施例1と同じ低結晶性常圧型BN成形体をMonプセルに入れ、ベルト型超高圧発生装置で6.5GPa、2000℃で15分処理した。得られたcBN焼結体はX線回折におけるcBNの(220)回折強度のcBN(111)回折強度に対する比率は0.08であり、また、このcBN焼結体の微細構造を透過電子顕微鏡で観察したところ、cBN粒子の大きさは $0.5\sim1~\mu$ mで、粒子同士が結合したところ緻密な組織であることがわかった。この硬度をマイクロヌープ圧子で測定したところ、4800kgf/mm²と高硬度であった。また、この焼結体の

抗折力は、室温で $8.8 \, \mathrm{kg} \, \mathrm{f/mm^2}$  であった。また、 $5.0 \sim 6.0 \, \mathrm{C}$ における熱伝導率は $4.4.0 \, \mathrm{W/m\cdot K}$ で、 $2.0 \, \mathrm{C} \sim 6.0.0 \, \mathrm{C}$ の温度範囲における熱膨張係数を測定したところ、 $3.5 \times 1.0^{-6} / \mathrm{K}$ であった。

# (実施例5)

出発原料である低結晶性常圧型BNを合成する温度を800℃とし2時間処理した他は、実施例1と同様に窒化ホウ素を合成、精製した。得られた常圧型BN粉末の酸素含有量を、ガス分析により測定すると0.8重量%であった。X線回折図形は、hBNの(102)回折線がなく、hBNの(002)回折線が非常にブロードであり、微粒で、結晶性がかなり低いことを示した。hBN(002)の回折線の半値幅より求めたしては約6nmであった。この低結晶性常圧型BNを原料にして実施例1と同様にしてcBN焼結体を作製した。得られたcBN焼結体を走査型電子顕微鏡観察した結果、粒径は0.5μm以下と微細であることがわかった。また、X線回折におけるcBNの(220)回折強度のcBN(111)回折強度に対する比率は0.26で、等方性であることを示した。このcBN焼結体の粒径、硬度、強度、耐熱性は実施例1と同様の値を示した。

#### (実施例6)

低結晶性常圧型BNの合成温度を950℃とし2時間処理した他は、実施例1と同様に窒化ホウ素を合成、精製した。得られたBN粉末の酸素含有量を、ガス分析により測定すると0.65重量%であった。 X線回折図形は、hBNの(102)回折線がなく、hBNの(002)回折線がブロードで、結晶性が低いことを示した。hBN(002)の回折線の半値幅より求めたLcは約15nmであった。この低結晶性常圧型BNを原料にして実施例1と同様にしてcBN焼結体を作製した。得られたcBN焼結体を走査型電子顕微鏡観察した結果、粒径は0.5μm以下と微細であることがわかった。また、X線回折におけるcBNの(220)回折強度のcBN(111)回折強度に対する比率は0.1

16

8で、等方性であることを示した。この c B N 焼結体の粒径、硬度、強度、耐熱性は実施例 1 と同様の値を示した。

# (比較例1)

実施例1と同じ低結晶性常圧型BN成形体をMoカプセルに入れ、ベルト型超高圧発生装置で6. 5 G P a、2 2 0 0  $\mathbb C$ で1 5 分処理した。 得られた c B N焼結体はX 線回折における c B Nの(2 2 0)回折強度のc B N(1 1 1)回折強度に対する比率は0. 1 8 であり、また、このc B N焼結体の微細構造を透過電子顕微鏡で観察したところ、c B N 粒子の大きさは $3\sim5$   $\mu$  mで、粒子同士が結合した緻密な組織であるが粒子は結晶成長により肥大化していた。この硬度をマイクロヌープ圧子で測定したところ、5 0 0 0  $\mathbb K$  g f  $\mathbb I$  mm $^2$  と高硬度であった。また、この焼結体の抗折力は、室温で $\mathbf I$  0 0 0  $\mathbb K$  の  $\mathbb I$  の  $\mathbb K$  での温度下では $\mathbf I$  0 0  $\mathbb K$   $\mathbb K$ 

#### (比較例2)

市販のp BNの成形体を原料として用いた。これを高周波炉で、 $N_2$  ガス中、2100  $\mathbb C$ で2時間処理し、酸素含有量をガス分析により測定すると0.02 重量%であった。これをベルト型超高圧発生装置で7.5 GP a、2100  $\mathbb C$ 、15 分で処理した。強固な焼結体が得られたが、この $\mathbb C$  B N焼結体の $\mathbb X$  線回折における $\mathbb C$  B Nの(220)回折線はほとんど認められず、この $\mathbb C$  B N(220)回折強度/ $\mathbb C$  B N(111)回折強度の比の値は0.02 以下で、(111)面方向に選択配向した非常に異方性の高い焼結体であることがわかった。また、 $\mathbb X$  線回折で、面間隔  $\mathbb C$  a  $\mathbb C$  B N 大きさは $\mathbb C$  6 B N 粒子の大きさは $\mathbb C$  7 を  $\mathbb C$  7 を  $\mathbb C$  7 を  $\mathbb C$  7 を  $\mathbb C$  8 N 粒子の大きさは $\mathbb C$  7 を  $\mathbb C$  8 N 粒子の大きさは $\mathbb C$  7 に  $\mathbb C$  8 N 粒子の大きさは $\mathbb C$  7 に  $\mathbb C$  8 N 粒子の大きさは $\mathbb C$  7 に  $\mathbb C$  8 N 粒子の大きさは $\mathbb C$  7 に  $\mathbb C$  8 N 粒子の大きさは $\mathbb C$  7 に  $\mathbb C$  8 N 粒子の大きさは $\mathbb C$  7 に  $\mathbb C$  8 N 粒子の大きさは $\mathbb C$  7 に  $\mathbb C$  8 N 粒子の大きさは $\mathbb C$  7 に  $\mathbb C$  8 N 粒子の大きさは $\mathbb C$  7 に  $\mathbb C$  8 N 粒子の大きさは $\mathbb C$  7 に  $\mathbb C$  9 に  $\mathbb$ 

密な組織であることがわかった。この硬度をマイクロヌープ圧子で測定したところ、 $4800\,\mathrm{kg\,f/mm^2}$  と高硬度であった。また、この焼結体の抗折力は、室温で $82\,\mathrm{kg\,f/mm^2}$  であった。また、 $50\sim60\,\mathrm{C}$ における熱伝導率を測定したところ、 $320\,\mathrm{W/m\cdot Kr}$ 、 $20\,\mathrm{C}$ から $600\,\mathrm{C}$ の温度範囲における熱膨張係数を測定したところ、 $3.6\,\mathrm{C}$ × $10^{-6}/\mathrm{K}$ であった。

### (比較例3)

原料に市販の粒径 $3\sim10\mu$ mで結晶性のよいhBN成形体を用いた。これを高周波炉で、 $N_2$  ガス中、2100℃で2時間処理し、酸素含有量をガス分析により測定すると0.03 重量%であった。これをベルト型超高圧発生装置で7.7 GPa、2200 ℃、15 分で処理した。強固な焼結体が得られたが、この焼結体を構成するc B N粒子は $3\sim5$   $\mu$ m程度で、そのX線回折におけるc B N(220)回折強度/c B N(111)回折強度の比の値は0.06 であり、やや粗粒で、(111) 面方向に選択配向した異方性のある焼結体であることがわかった。また、X線回折で、面間隔d=3.1 オングストローム付近に圧縮hBNが微量ながら認められた。その室温での抗折力は55 kg f/mm² と低い値を示した。

#### (比較例4)

実施例1と同様にして原料の常圧型BNを作製し、焼結温度を1700℃としたこと以外は、実施例1と同様にcBN焼結体を作製した。微細で等方的な焼結体が得られたが硬度が3800kgf/mm²程度と低かった。

以上の試料の特性値を第1表にまとめて示す。

	硬度 (kgf/mm²)	2000	2000	5050	4800	2000	4900	2000	4800	5300	3800
	抗折力 ( <b>室</b> 温) (kgf/mm²)	110	105	92	88	105	110	70	82	55	70
	熟膨張係数 (X 10 °/K)	3. 7	3.6	3. 5	3. 5	3. 7	3. 7	3. 4	3.6	3, 3	4. 0
1表	熱伝導率 (W/m・K)	290	340	380	440	300	290	009	320	580	240
第	c B N の X 線 回折強度比 I (220) / I (111)	0. 22	0. 12	0. 08	0. 08	0. 26	0. 18	0. 18	0.02 以下	0.06	0. 19
	結晶粒径 (μm)	0.3 以下	0.5 以下	$0.5 \sim 1$	0.5 ~1	0.5 以下	0.5以下	$3\sim$ 5	0.5 以下	3~5	0.5 以下
	焼結温度 (℃)	1800	1880	1950	2000	1800	1800	2200	2100	2200	1700
	試料番号	実施例1	実施例2	実施例3	実施例4	実施例5	実施例6	比較例1	比較例2	比較例3	比較例4

19

第1表に示す c B N焼結体の内、実施例1~4と比較例1~2を素材として、正面フライスの刃先を製作した。超硬合金から成る切れ刃保持台の上に上記の c B N焼結体を口ウ付けしたスローアウェイチップを製作し、これをカッタボディに装着した。被削材として、ねずみ鋳鉄F C 250の150×25mmの切削面を有する板材を準備し、湿式で、切削速度1500m/min、切込み量0.5mm、送り量0.15mm/刃の切削条件にて、板材の150mm方向への単位切削面を1パスとして切削性能試験を実施した。その結果を第2表に示す。切削可能パス回数は刃先の逃げ面摩耗量が0.2mmに達するか、欠損により、切削不可能になった時点のパス回数である。

第2表

試料番号	切削雰囲気	被削材	切削可能パス回数
実施例1	湿式	鋳鉄	3 0 0
実施例2	"	"	350
実施例3	"	"	250
実施例4	IJ	"	270
比較例1	J)	"	1 2
比較例2	II .	"	2

比較例1はcBNへの直接変換と焼結の温度が高くcBN粒子が $3\mu$  m以上に成長し、cBN焼結体の結合強度が低く、刃先の欠損に至ったものと判断される。比較例2はpBNを出発物としているので結晶粒子の配向性が強く層状亀裂や剥離を生じやすく、比較的早期に刃先の欠損に至ったものと判断される。

同様の手段にて第1表のcBN焼結体の内、実施例1~4と比較例1~2を素材として、正面フライスの刃先を製作し、被削材として、鋼のSCM415(硬度HRC20)で150×25mmの切削面を有する板材を準備し、乾式で、切削速度500m/min、切込み量0.4mm、送り量0.15mm/刃の切削条件にて、板材の150mm方向への単位切削面を1パスとして切削性能試験を実施した。その結果を第3表に示す。切削可能パス回数は、刃先の逃げ面摩耗量が0.2mmに達するか、欠損により切削可能となった時点のパス回数である。

第3表

試料番号	切削雰囲気	被削材	切削可能パス回数
実施例1	乾式	鋼	1 4 5
実施例2	"	n	160
実施例3	"	"	1 1 2
実施例4	"	"	1 5 5
比較例1	"	"	2
比較例2	"	,,,,,,,,,,,,,,,,,,,,,,,,,,,,,,,,,,,,,,,	0

比較例1はcBNへの直接変換と焼結の温度が高くcBN粒子が3μm以上に成長し、cBN焼結体の結合強度が低く、刃先の欠損に至ったものと判断される。比較例2はpBNを出発物としているので結晶粒子の配向性が強く層状亀裂や剥離を生じやすく、切削開始と同時に刃先が欠損した。

次に、第1表のcBN焼結体の内、実施例1~4と比較例1~2を素材として、エンドミルの刃先を製作した。超硬合金から成るボディに、上記焼結体をロウ付けし、1本のエンドミルを製作した。被削材として、ねずみ鋳鉄FC250の150×100mmの切削面を有するブロック材を準備し、乾式および湿式で、切削速度500m/min、軸方向切込み量3mm、半径方向切込み量0.1mm、送り量0.05mm/刃の切削条件にて、板材の150mm方向への切削を1パスとして切削性能試験を実施した。その結果を第4表に示す。切削可能パス回数は刃先の逃げ面摩耗量が0.2mmに達するか、欠損により切削不可能となった時点のパス回数である。

第4表

試料番号	切削雰囲気	被削材	切削可能パス回数
実施例1	乾式	鋳鉄	1600
天心[列]	湿式	对武	2000
実施例2	乾式	"	1800
天心例2	湿式	<i>"</i>	2000
実施例3	乾式	"	1700
天旭別る	湿式	,,	2000
実施例4	乾式	<i>,,</i>	1 3 0 0
天心714	湿式	"	1200
比較例1	乾式	,,	3
JL ¥X 1711 I	湿式	"	2
比較例2	乾式	וו	0
LL TX DI Z	湿式	<i>"</i>	0

. . . . . . . . .

比較例1はcBNへの直接変換と焼結の温度が高くcBN粒子が3μm以上に成長し、cBN焼結体の結合強度が低く、刃先の欠損に至ったものと判断される。比較例2はpBNを出発物としているので結晶粒子の配向性が強く層状亀裂や剥離を生じやすく、乾式及び湿式のいずれであっても1パス切削中に刃先が欠損した。

同様の手段にて第1表のcBN焼結体の内、実施例1~4と比較例1~2を素材として、エンドミルの刃先を製作し、鋼のSCM415 (硬度HRC20)で150×100mmの切削面を有するブロック材を準備し、乾式で、切削速度500m/min、軸方向切込み量2.5mm、半径方向切込み量2.5mm、送り量0.15mm/刃の切削条件にて、板材の150mm方向への切削を1パスとして切削性能試験を実施した。その結果を第5表に示す。切削可能パス回数は刃先の逃げ面摩耗量が0.1mmに達するか、欠損により切削不可能となった時点のパス回数である。当試験では、摩耗量の判定として0.1mmとしたが、これは切込み量が大きいために、逃げ面摩耗量が0.1mmを超えると切削抵抗の増加によって欠損に至る可能性が高いためである。

第5表

試料番号	切削雰囲気	被削材	切削可能パス回数
実施例 1	乾式	鋼	380
実施例2	"	"	420
実施例3	"	"	250
実施例4	n,	"	3 0 0
比較例1	"	"	. 36
比較例2	"	"	0

比較例1はcBNへの直接変換と焼結の温度が高くcBN粒子が3μm以上に成長し、cBN焼結体の結合強度が低く、刃先の欠損に至ったものと判断される。比較例2はpBNを出発物としているので、結晶粒子の配向性が強く層状亀裂や剥離を生じやすく、1パス切削中に刃先が欠損した。

次に、第1表に示す c B N焼結体の内、実施例1、実施例5~6と比較例1~4を素材として、精密切削用工具の刃先を製作した。上記焼結体を超硬合金から成るシャンクにロウ付けし、刃先を#8000のダイヤモンド砥石で研削し、刃先ノーズRが0.1 mmである切削工具を作製した。刃先を顕微鏡で観察すると、極めてシャープな刃先であることが確認できた。前逃げ面の面粗さを測定すると、0.01 μm以下であった。比較のため、市販のバインダーを含む c B N焼結体で同様の刃先加工を行うと、逃げ面面粗さは0.02~0.03 μm程度であった。こうして得られた切削工具で、S U S 4 2 0 J 2 (HR C 5 3)を切削速度30 m/min、切り込み0.005 mm、送り0.005 mm/revで、精密切削加工テストを行った。その結果を第6表に示す。

第6表

試料番号	切削可能距離 (m) (寿命判定: Rmax 0.1μm)
実施例1	9 5 0
実施例 5	1 1 0 0
実施例6	900
比較例1	2 0
比較例2	0
比較例3	150
比較例4	300

実施例1および実施例5~6において切削面粗さ0.1μmRmax を確保できる工具寿命は、切削距離にして約1000mであった。比較 のため、cBN単結晶工具で同様の切削性能を評価したところ、上記の 工具寿命は最長200mであった。比較例1はcBN粒子が3μm以上 に成長し、CBN焼結体の結合強度が低く、初期の段階で、刃先に微細 なチッピングが生じ、高精度な加工ができなくなったと判断される。比 較例2は、瞬時にして刃先が欠損した。刃先の損傷をみると、層状に剥 離している部分が多く見られた。pBNを出発物としているので結晶粒 子の配向性が強く層状亀裂や剥離を生じやすく切削初期に欠損したと考 えられる。比較例3は数粉の後、刃先部が層状に剥離したと思われる欠 損が生じた。これは原料に市販の粒径3~10μmで結晶性のよいhB N成形体を用いたために、cBN粒子が3~5 $\mu$ mと粗粒で、さらに配 向性のある焼結体が形成されたため、CBN焼結体の結合強度が低く、 また、層状亀裂が生じやすい結果である。比較例4は実施例1と同一原 料の低圧相BNを用い、焼結温度を1700℃としたこと以外は、実施 例1と同様であり、微細で等方的な焼結体が得られたが硬度が3800 kg/mm²程度と低く、耐摩耗性が十分でなかった。

第2表から第6表の結果を総合して評価すれば、本発明のcBN焼結体は鋳鉄や鋼の高速フライス切削と鉄系材料の精密切削の両者に適し、フライス用切削工具では本発明の製造方法から逸脱したcBN焼結体や従来のcBN焼結体を素材とする刃先よりも湿式条件において、格段に優れた耐熱剛性を持ち、切削液を不用とする乾式条件下でも有効な切削性能を維持し、種々の条件下で優れた性能を示すとともに、切削液に対する環境対策費を削減できることも可能である。また、精密切削用工具では、刃先は極めて鋭利で、かつ強度、耐摩耗性に優れた工具が得られ、精密加工に使用することが可能である。

25

# 産業上の利用可能性

本発明に係る立方晶窒化ホウ素焼結体はバインダーを含まず  $1 \mu m$ 以下の微粒の c B N からなり、粒界に介在物を含まず、かつ組織が等方的であるため高い熱伝導率と小さい熱膨張係数を有し強度、耐摩耗性に優れているので鋳鉄や鋼を被削材とする、正面フライスカッタやエンドミルのようなフライス用切削工具に用いるのに適し、高速切削で切り刃の欠損を生じることなく多数回の切削パス回数を達成することができる。また特に c B N の平均粒径を 0 .  $5 \mu m$ 以下とする場合は、刃先が極めて鋭利でかつ強度、耐摩耗性に優れた工具が得られるので鉄系材料の精密切削加工用工具としても有用である。

26

#### 請求の範囲

- 1. 平均粒径が 1 μ m以下の立方晶窒化ホウ素からなる立方晶窒化ホウ素焼結体を刃先とした切削工具であって、前記刃先部の立方晶窒化ホウ素焼結体の、任意の方向の X 線回折線の(2 2 0)回折強度( I (220) )と(1 1 1)回折強度( I (111) )との比 I (220) / I (111) が 0.05以上であり、その粒界に介在物を実質的に含まない切削工具。
- 2. 前記刃先部の立方晶窒化ホウ素焼結体の熱伝導率が、250~10 00W/m・Kであることを特徴とする請求の範囲第1項に記載の切削 工具。
- 3. 20℃から1000℃の間の温度で、3点曲げ測定における前記立方晶窒化ホウ素焼結体の抗折力が80kgf/mm²以上である請求の範囲第1項または第2項に記載の切削工具。
- 4. 前記刃先部の立方晶窒化ホウ素焼結体の室温での硬度が4000kgf/mm²以上であることを特徴とする請求の範囲第1項~第3項のいずれかに記載の切削工具。
- 5. 前記刃先部の立方晶窒化ホウ素焼結体の熱伝導率が300~100 0W/m・Kである請求の範囲第1項~第4項のいずれかに記載のフライス用切削工具。
- 6. 前記刃先部の立方晶窒化ホウ素焼結体の20℃から600℃の温度の範囲における熱膨張係数が3.0~4.0×10<sup>-6</sup>/Kの範囲にある請求の範囲第1項~第5項のいずれかに記載のフライス切削用工具。
- 7. 鋳鉄若しくは鋼の高速切削用正面フライス用カッタ若しくはエンド ミルに用いられることを特徴とする請求の範囲第1項~第6項のいずれ かに記載のフライス用切削工具。
- 8. 前記刃先部の立方晶窒化ホウ素焼結体が平均粒径 0. 5 μ m以下の立方晶窒化ホウ素からなる請求の範囲第 1 項~第 4 項のいずれかに記載の精密切削用工具。

- 9. ホウ素と酸素を含む化合物を炭素と窒素の存在下で還元窒化して低 圧相窒化ホウ素を合成して得られた低圧相窒化ホウ素を出発物質として 高温高圧下で立方晶窒化ホウ素に直接変換させると同時に焼結すること を特徴とする平均粒径が1μm以下の立方晶窒化ホウ素からなる切削工 具用焼結体の製造方法。
- 10. 直接変換と焼結を圧力6GPa以上、温度1550~2100℃ で行う請求の範囲第9項に記載の切削工具用焼結体の製造方法。

THIS PAGE BLANK (USPTO)

# INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International application No.

PCT/JP99/02655

	A. CLASSIFICATION OF SUBJECT MATTER Int.Cl <sup>6</sup> C04B35/583, B23B27/14, B23C5/16					
According t	According to International Patent Classification (IPC) or to both national classification and IPC					
B. FIELD	S SEARCHED					
Minimum d Int.	Minimum documentation searched (classification system followed by classification symbols)  Int.Cl <sup>6</sup> C04B35/583, B23B27/14, B23C5/16					
Jits	tion searched other than minimum documentation to the uyo Shinan Koho 1926–1996 i Jitsuyo Shinan Koho 1971–1999	Toroku Jitsuyo Shinan Koho	1994–1999			
Electronic d	lata base consulted during the international search (nat	me of data base and, where practicable, so	earch terms used)			
C. DOCU	MENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT					
Category*	Citation of document, with indication, where ap	• • •	Relevant to claim No.			
х	JP, 10-158065, A (Sumitomo ) Industries,Ltd.), 16 June, 1998 (16. 06. 98), Claims & EP, 845447, A2 &		1-10			
х	JP, 3-37161, A (Showa Denko 18 February, 1991 (18. 02. 9 Claims; page 2, lower right page 3, upper right column, column, line 7 (Family: none	1, 3, 4, 7, 8				
A	JP, 61-117107, A (Toshiba To 4 June, 1986 (04. 06. 86), Claims (Family: none)	ungaloy Co., Ltd.),	1-10			
A	JP, 9-59068, A (Mitsubishi P 4 March, 1997 (04. 03. 97), Claims (Family: none)	Materials Corp.),	1-8			
× Furthe	er documents are listed in the continuation of Box C.	See patent family annex.				
* Special categories of cited documents:  "A" document defining the general state of the art which is not considered to be of particular relevance  "E" earlier document but published on or after the international filing date "X" document which may throw doubts on priority claim(s) or which is cited to establish the publication date of another citation or other special reason (as specified)  "O" document referring to an oral disclosure, use, exhibition or other means document published prior to the international filing date but later than the priority date claimed  "Date of the actual completion of the international filing date or priori date and not in conflict with the application but cited to understand the principle or theory underlying the invention cannot be considered novel or cannot be considered novel or cannot be considered novel or cannot be considered to involve an inventive step when the document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered to involve an inventive step when the document is combined with one or more other such documents, such combination being obvious to a person skilled in the art document member of the same patent family						
17 A	Date of the actual completion of the international search 17 August, 1999 (17. 08. 99)  Date of mailing of the international search report 24 August, 1999 (24. 08. 99)					
	Name and mailing address of the ISA/  Japanese Patent Office  Authorized officer					
Facsimile N	o.	Telephone No.				

# INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International application No.
PCT/JP99/02655

Category*	Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages	Relevant to claim No
A	JP, 55-167110, A (General Electric Co.), 26 December, 1980 (26. 12. 80), Claims & BE, 883730, A & BR, 8003655, A & EP, 22177, A & NO, 8001727, A & DK, 8001828, A & FI, 8001414, A & FR, 2458510, A & US, 4289503, A & CA, 1140728, A & CA, 1158015, A & IL, 59898, A & CH, 647740, A & IT, 1150961, A	1-8

Form PCT/ISA/210 (continuation of second sheet) (July 1992)

発明の風する分野の分類(国際特許分類(IPC)) Α.

Int. Cl. 6 C04B35/583, B23B27/14, B23C 5/16

調査を行った分野 В.

調査を行った最小限資料(国際特許分類(IPC))

Int. Cl. 6 CO4B 35/583, B23B 27/14, B23C 5/16

最小限資料以外の資料で調査を行った分野に含まれるもの

日本国実用新案公報

1926-1996年

日本国公開実用新案公報

1971-1999年

日本国登録実用新案公報

1994-1999年

日本国実用新案登録公報

1996-1999年

国際調査で使用した電子データベース (データベースの名称、調査に使用した用語)

# C. 関連すると認められる文献

引用文献の カテゴリー*	引用文献名 及び一部の箇所が関連するときは、その関連する箇所の表示	関連する 請求の範囲の番号
X	JP, 10-158065, A, (住友電気工業株式会社) 16.6月.1998(16.06.98), 特許請求の範囲 & EP, 845447, A2 & ZA, 9710673, A	1-10
X	JP, 3-37161, A, (昭和電工株式会社) 18.2月.1991 (18.02.91), 特許請求の範囲,第2頁右下欄第1-6行,第3頁右上欄第15行-左下欄第   7行 (ファミリーなし)	1, 3, 4, 7, 8
A	JP, 61-117107, A, (東芝タンガロイ株式会社) 4. 6月. 1986 (04. 06. 86), 特許請求の範囲(ファミリーなし)	1-10
A	JP, 9-59068, A, (三菱マテリアル株式会社)4.3月.1997(04.03.97), 特許請求の範囲(ファミリーなし)	1-8

#### $\mathbf{x}$ C欄の続きにも文献が列挙されている。

パテントファミリーに関する別紙を参照。

- \* 引用文献のカテゴリー
- 「A」特に関連のある文献ではなく、一般的技術水準を示す もの
- 「E」国際出願目前の出願または特許であるが、国際出願目 以後に公表されたもの
- 「L」優先権主張に疑義を提起する文献又は他の文献の発行 日若しくは他の特別な理由を確立するために引用する 文献 (理由を付す)
- 「〇」口頭による開示、使用、展示等に言及する文献
- 「P」国際出願日前で、かつ優先権の主張の基礎となる出願

- の日の後に公表された文献
- 「T」国際出願日又は優先日後に公表された文献であって て出願と矛盾するものではなく、発明の原理又は理 論の理解のために引用するもの
- 「X」特に関連のある文献であって、当該文献のみで発明 の新規性又は進歩性がないと考えられるもの
- 「Y」特に関連のある文献であって、当該文献と他の1以 上の文献との、当業者にとって自明である組合せに よって進歩性がないと考えられるもの
- 「&」同一パテントファミリー文献

国際調査を完了した日

17.08.99

国際調査報告の発送日

24.08.99

国際調査機関の名称及びあて先

日本国特許庁(ISA/JP)

郵便番号100-8915

東京都千代田区霞が関三丁目4番3号

特許庁審査官(権限のある職員)

深草 祐一

9537 4 T

電話番号 03-3581-1101 内線 3465

C(続き).	関連すると認められる文献	<del></del>
引用文献の カテゴリー*	引用文献名 及び一部の箇所が関連するときは、その関連する箇所の表示	関連する 請求の範囲の番号
A	JP, 55-167110, A, (ゼネラル・エレクトリック・カンパ ニイ), 26. 12月. 1980(26. 12. 8 0), 特許請求の範囲 & BE, 883730, A & BR, 8003655, A & EP, 22177, A & NO, 8001727, A & DK, 8001828, A & FI, 8001414, A & FR, 2458510, A & US, 4289503, A & CA, 1140728, A & CA, 1158015, A & IL, 59898, A & CH, 647740, A & IT, 1150961, A	1-8